資料５－３

脂肪酸メチルエステル混合軽油中のぎ酸，酢酸及びプロピオン酸分析方法（案）
－　水抽出－イオンクロマトグラフ法　－

1. 適用範囲　この規格は，軽油及びその軽油に脂肪酸メチルエステル（以下，FAME という。）を5%まで混合した燃料中のぎ酸，酢酸及びプロピオン酸をイオンクロマトグラフ法で定量する方法について規定する。

備考1. この規格による各成分の定量範囲は 1～20 質量 ppm である。

2. この規格は，危険な試薬，操作及び試験器を用いることがあるが，安全な使用法をすべてに規定しているわけではないので，この試験方法の使用者は試験に先立って，適切な安全上及び健康上の禁止事項を決めておかなければならない。

2. 引用規格　次に掲げる規格は，この規格に引用されることによって，この規格の規定の一部を構成する。これらの引用規格は，その最新版（追補を含む。）を適用する。

JIS K 0127　イオンクロマトグラフ分析通則
JIS K 0557　水
JIS K 8267　ぎ酸ナトリウム
JIS K 8372　酢酸ナトリウム
JIS K 2251　原油及び石油製品－試料採取方法
JIS Z 8401　数値の丸め方
JIS Z 8402-6 測定方法及び測定結果の精確さ（真度及び精度）－第 6 部：精確さに関する値の実用的な使い方

3. 定義　この規格で用いる主な用語の定義は，次による。

a) **FAME（Fatty acid methyl esters）**動物油，植物油などをメチルエステル化し、精製して製造されたディーゼル燃料用の脂肪酸メチルエステル。

4. 試験の原理　試料と水を混合，振とうすることにより，試料中のぎ酸，酢酸及びプロピオン酸を水中に抽出する。分離した水相をイオンクロマトグラフに導入して各成分を分離及び溶出させ，各酸のイオンに対応したクロマトグラムを記録する。それぞれの酸成分の濃度は，あらかじめ作成した検量線から求める。

5. 試験器及び器具　試験器及び器具は，次による。

a) **イオンクロマトグラフ**　イオンクロマトグラフには分離カラムと検出器を備えたもので，ぎ酸イオン，酢酸イオン，プロピオン酸イオンが分離定量できるものを用いる。イオンクロマトグラフ

に共通する一般事項は，JIS K 0127 の規定による。

b) **分液漏斗**　使用前に水で洗い，乾燥させたもの。

c) **振とう機**　分液漏斗を保持し，振とうできるもの。

6. **試薬**　試薬は，次による。

a) **水**　JIS K 0557 に規定するもの。

b) **ぎ酸ナトリウム**　JIS K 8267 に規定するもの。

c) **酢酸ナトリウム**　JIS K 8372 に規定するもの。

d) **プロピオン酸**　　純度 99 質量%以上のもの。

e) **ぎ酸標準溶液（1000mg/L）**ぎ酸ナトリウム 0.1478g をとり，水に溶かし，全量フラスコ 100mL に移し入れ，水を標線まで加える。

f) **酢酸標準溶液（1000mg/L）**酢酸ナトリウム 0.1367g をとり，水に溶かし，全量フラスコ 100mL に移し入れ，水を標線まで加える。

g) **プロピオン酸標準溶液（1000mg/L）**プロピオン酸 0.1000g をとり，水に溶かし，全量フラスコ 100mL に移し入れ，水を標線まで加える。

7. **試験の準備**　試験の準備は，次による。

7.1 **イオンクロマトグラフの調整**　イオンクロマトグラフの調整は，次による。

a) イオンクロマトグラフは，取扱説明書に従って設置する。自動試料導入装置及びデータ処理装置も使用が可能な状態にする。

b) 空試験での基線が安定していることを確認する。

c) 各酸を適切な濃度に薄めた溶液を用いて溶出位置を確認する。また，各成分が重複していないことを確認する。分析条件の例を**表 1**，**表 2** に示す。

表 1　分析条件例 1

分離カラム(内径×長さ)	陰イオン交換カラム（4mm×200mm）
ガードカラム(内径×長さ)	陰イオン交換カラム（4mm×50mm）
溶離液	1m mol/L KOH
流量	1.2mL/min
検出器	電気伝導度検出器
導入量	50 μL
その他	サプレッサ使用

表 2　分析条件例 2

分離カラム(内径×長さ)	イオン排除型カラム（9mm×250mm）
溶離液	1.0 m mol/L オクタンスルホン酸
流量	1.0mL/min
検出器	電気伝導度検出器
導入量	25 μL
その他	サプレッサ使用 （再生液 5.0 m mol/L TBAOH）

7.2 検量線の作成 検量線の作成は，次による。

a) 混合希釈標準溶液（一例） ぎ酸，酢酸及びプロピオン酸の各標準溶液（各酸 1000mg/L）1mL を 100mL の全量フラスコにとり，水を標線まで加える。この溶液（10mg/L）を段階的に希釈し，検量線作成用試料とする。検量線の濃度範囲は各酸 0.5mg/L～10mg/L とする。

b) 検量線作成用試料を試料導入部に自動試料導入装置または手動で注入する。直ちに，データ処理装置を始動させ，クロマトグラム及びピーク面積を記録させる。順次，各検量線作成用試料のすべてを測定する。

c) **b)**で求めた値を用いて，検量線の横軸に各酸の濃度，縦軸にピーク面積をとり，酸ごとに濃度とピーク面積の関係の検量線を作成する。

備考 検量線は，一連の試験操作前に作成する。また，カラムや部品を交換したときなど，試験条件を変更したときに作成する。

8. 試料の採取及び調製方法 試験用試料は，**JIS K 2251** に規定する一次試料の採取方法及び二次試料の調製方法によるか，又はそれに準じた方法によって採取及び調製する。

9. 試験の手順 試験の手順は，次による。

a) 分液漏斗に試料 10mL を採取する。

b) さらに水 10mL を加える，栓をする。

c) 分析漏斗を振とう機に設置し，10 分間撹拌する。

d) 静置後，水相を 25mL の全量フラスコに分取する。

e) **b)**，**c)**，**d)**の操作を繰り返し（2 回抽出），25mL の全量フラスコの標線まで水を加える。この試料を水抽出試料とする。

f) イオンクロマトグラフの試料導入部に **7.2 b)**と同じ条件で水抽出試料の規定量を導入し，試験を開始する。

g) クロマトグラム及び各成分のピーク面積値を記録する。

h) ぎ酸イオン，酢酸イオン及びプロピオン酸イオンのピークを同定する。

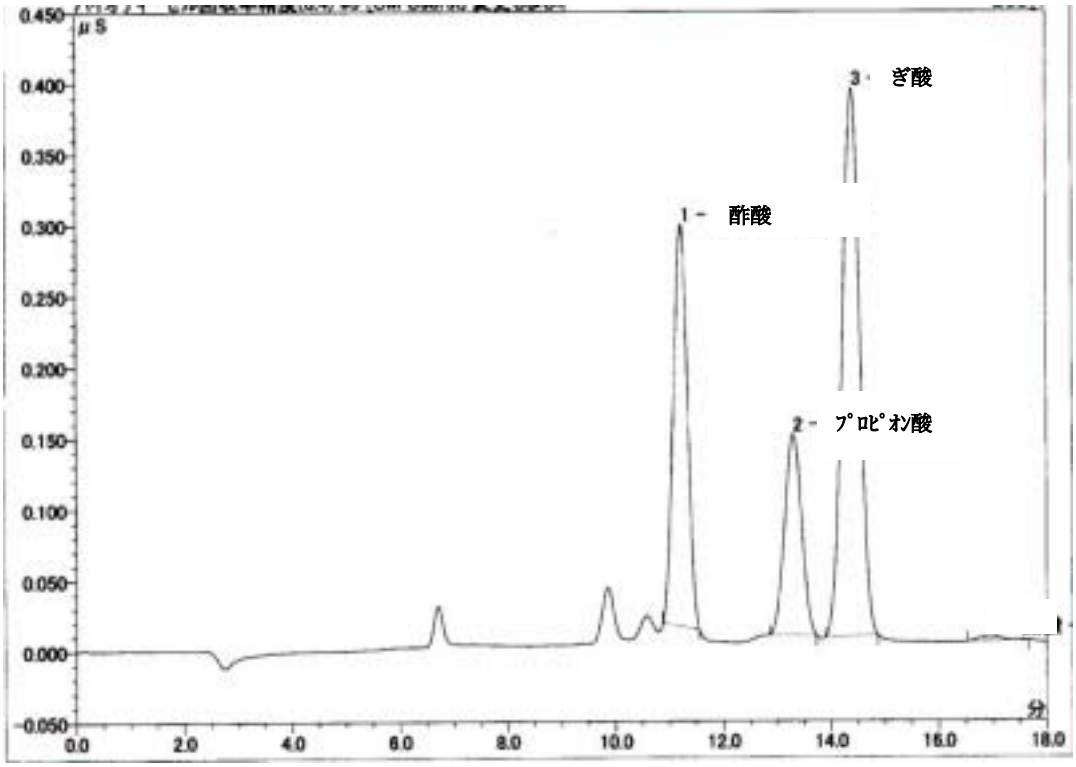
i) 試験試料の密度を **JIS K 2249** によって求める。

j) 検出されたピーク面積に対応する水抽出試料中の各酸の濃度は各酸の検量線から求める。

備考 1. 試料中の酸濃度が高い場合，水相の分離が悪くなることがある。

2. 水抽出試料中の各酸の濃度が検量線の濃度範囲を超える場合は，各酸の濃度が検量線の範囲になるように水抽出試料を水で希釈する。

参考 クロマトグラムの一例を**参考図 1** に示す。



参考図 1　ぎ酸イオン，酢酸イオン及びプロピオン酸イオンのクロマトグラム（一例）

10.　計算方法　計算方法は，次による。

a)　同定した各酸の含有量は，次の式によって算出し，**JIS Z 8401** の規定によって丸めの幅を 0.1 に丸める。ただし，1 質量 ppm 未満の場合は，1 質量 ppm 未満と報告する。

$$C = \frac{C_S \times 25}{10 \times d}$$

ここに，　C　：試験試料中の各酸の濃度［質量 ppm］
　　Cs　：検量線より求めた水抽出試料中の各酸の濃度［mg/L］
　　25　：全量フラスコの容量　［mL］
　　10　：試料量［mL］
　　d　：試験試料の密度［g/mL］

11.　精度　この試験方法で得られた試験結果の許容差（確率 0.95）は，次による。

備考　試験結果が許容差を外れた場合には，**JIS Z 8402-6** の規定によって処理する。

a)　室内併行精度　同一試験室において，同一人が，同一試験装置で，引き続き短時間内に同一試料を 2 回試験したとき，試験結果の差の許容差を**表 3** に示す。

b)　室間再現精度　異なる試験室において，別人が別の試験装置で，同一試料をそれぞれ 1 回ずつ試験し求めた 2 個の試験結果の差の許容差を**表 3** に示す。

表 3　精度

単位　質量 ppm

成分	濃度範囲	室内併行許容差	室間再現許容差
ぎ酸	1～20	0.01 X＋0.3	0.3 X
酢酸	1～20	0.03 X＋0.2	0.2 X＋1.1
プロピオン酸	1～20	0.04 X＋0.3	0.2 X＋0.6

備考　X：試験結果の平均値

12.　試験結果の報告　試験結果には次の事項を記載する。

a)　試料名，採取場所及び採取年月日

b)　試験法名

c)　**10.**によって得られた結果

d)　特記事項